

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
15. November 2001 (15.11.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 01/85855 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: **C09D 7/12 //**  
C08L 91/06

Ernst [DE/DE]; Ulrichstrasse 63, 86316 Friedberg (DE).  
**HEINRICHS, Franz-Leo** [DE/DE]; Am Arenberg 20,  
86456 Gablingen (DE). **NOWICKI, Dieter** [DE/DE];  
Leipziger Strasse 23, 86368 Gersthofen (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/04778

(22) Internationales Anmeldedatum:  
27. April 2001 (27.04.2001)

(81) Bestimmungsstaaten (*national*): CN, JP, US.

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(84) Bestimmungsstaaten (*regional*): europäisches Patent (AT,  
BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC,  
NL, PT, SE, TR).

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
100 23 441.0 12. Mai 2000 (12.05.2000) DE  
100 63 422.2 20. Dezember 2000 (20.12.2000) DE

**Veröffentlicht:**

— mit internationalem Recherchenbericht  
— vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden  
Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen  
eintreffen

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von  
US): **CLARIANT GMBH** [DE/DE]; Brüningstrasse 50,  
65929 Frankfurt am Main (DE).

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen  
Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on  
Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe  
der PCT-Gazette verwiesen.

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **KRENDLINGER,**

(54) Title: USE OF WAX MIXTURES FOR COATINGS

**WO 01/85855 A1** (54) Bezeichnung: VERWENDUNG VON WACHSMISCHUNGEN FÜR LACKE

(57) Abstract: The invention relates to the use of mixtures of waxes containing a) a homo- or copolymer of C<sub>2</sub>-C<sub>18</sub>- $\alpha$ -olefins produced by means of metallocene catalysis and auxiliary materials, as well as one or more other waxes chosen from the following group: b) PE waxes, c) PTFE waxes, d) PP waxes, e) amide waxes, f) FT paraffins, g) montan waxes, h) natural waxes, i) macro- and microcrystalline paraffins, j) polar polyolefin waxes or k) sorbitan esters; for improving the properties of coatings.

(57) Zusammenfassung: Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung von Mischungen von Wachsen, welche a) ein mittels Metallocenkatalyse hergestelltes Homo- oder Copolymerisat von C<sub>2</sub>-C<sub>18</sub>- $\alpha$ -Olefinen, sowie als Hilfsstoffe ein oder mehrere andere Wachse ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus b) PE-Wachsen, c) PTFE-Wachsen, d) PP-Wachsen, e) Amidwachsen, f) FT-Paraffinen, g) Montanwachsen, h) natürliche Wachsen, i) makro- und mikrokristallinen Paraffinen, j) polare Polyolefinwachse, oder k) Sorbitanestern enthalten, zur Verbesserung der Eigenschaften von Lacken.

## Verwendung von Wachsmischungen für Lacke

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung von Metallocenwachsen, deren Oxidaten und deren Abmischungen mit weiteren Wachsen, sowie der entsprechenden Micronisate für Lacke.

- Bei der Herstellung von Lacken werden Wachse im allgemeinen in einer
- 10 Konzentration von 0,01-10% zugeben. Es handelt sich dabei um PE-Wachse, PTFE-Wachse, PP-Wachse, Amidwachse, FT-Paraffine, Montanwachse, natürliche Wachse, makro- und mikrokristalline Paraffine, Polyethylencopolymere, Sorbitanester und Metallocenwachse, sowie deren Abmischungen, wie in EP-A-0 890 619 offenbart. Die Abmischungen können in unterschiedlichen
- 15 Kombinationen, sowohl als Pulver- wie auch als Schmelzmischungen vorliegen.

- Diese Wachse werden als Schuppen, Granulate, Pulver, Dispersionen, Emulsionen oder als Mikronisate zugegeben, wobei die bevorzugte Einsatzform als fein mikronisiertes Pulver mit Korngrößen bis 4  $\mu\text{m}$  in DV<sub>50</sub>-Wert angesehen
- 20 werden kann. (DV<sub>50</sub>-Wert: 50% der Wachspartikel sind kleiner oder gleich 4  $\mu\text{m}$ ). Diese Wachse werden eingesetzt, um folgende Wirkungen bei den Lacken zu erzielen:

- bessere Kratzfestigkeit
- 25 - besser Abriebfestigkeit
- bessere Dispergierung von Pigmenten
- bessere Pigmentstabilität
- Verbesserung des Absetzneigung
- Verbesserung der Redispergierung von Pigmenten
- 30 - Orientierungswirkstoff bei Effektpigmenten
- eine gute Mattierung
- einen guten Griff
- Verbesserung des Gleitverhaltens

- Verbesserung des Metallmarkings
- gute Einarbeitung von Effektpigmenten zu erreichen
- Beeinflussung der rheologischen Eigenschaften
- bessere Blockfestigkeit
- 5 - bessere Schleifbarkeit
- Entgasungsadditiv bei Pulverlacke
- Additiv zur Durchsatzerhöhung in Pulverlacken.

10 Diese Wachsadditive können in allen Lacksystemen verwendet werden (z.B. low solids, medium solids, high solids, lösemittelbasierende Lacke, wässrige oder wasserverdünnbare Lacke, Pulverlacke, physikalisch trocknende Beschichtungssysteme, chemisch härtende Beschichtungsstoffe, sowie strahlenhärtende Beschichtungsstoffe, wie z.B. UV-Lacke).

15 Da reine Polyethylenwachse und Metalloccenwachse nicht in allen Lacksystemen, besonders nicht in wässrigen Systemen, verwendet werden können, werden auch Wachsoxide eingesetzt.

20 Da die einzelnen Wachsorten unterschiedliche Wirkungen in den Lacken zeigen, werden bevorzugt Wachsmischungen zwischen PE-Wachsen, PTFE-Wachsen, PP-Wachsen, Amidwachsen, FT-Paraffinen, Montanwachsen, natürliche Wachsen, makro- und mikrokristallinen Paraffinen, Polyethylencopolymeren, Sorbitanestern und Metalloccenwachsen eingesetzt, um die oben genannten Wirkungen miteinander zu kombinieren und entsprechende Verbesserungen bei  
25 Lacken zu erzielen.

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, solche Wachsmischungen für die Verwendung in Lacken zu finden, die besonders viele der oben angeführten Wirkungen zeigen. Überraschenderweise zeigten die Mischungen mit  
30 Metalloccenwachsen die auffälligsten Verbesserungen. Besonders ist bei diesen Mischungen die Mahlbareit für die Herstellung von Wachsmikronisaten verbessert, d.h. die Ausbeuten sind erhöht.

Ein weiterer Vorteil der Verwendung von der Wachsen welche nach dem Metallocenverfahren hergestellt wurden, ist deren leichtere Mahlbarkeit, weshalb hier weniger Hilfsstoffe verbraucht werden als bei Wachsmischungen mit Wachsen, welche beispielsweise mit dem Ziegler-Natta-Verfahren hergestellt wurden.

Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung von Mischungen von Wachsen, welche

- 10 a) ein mittels Metallocenkatalyse hergestelltes Homo- oder Copolymerisat von  $C_2$ - $C_{18}$ - $\alpha$ -Olefinen, sowie Abbauwachse hergestellt aus mittels Metallocenkatalyse produzierten Polyolefinen höherer Kettenlänge,
- sowie als Hilfsstoffe ein oder mehrere andere Wachse ausgewählt aus der
- 15 Gruppe bestehend aus
- b) PE-Wachsen,
  - c) PTFE-Wachsen,
  - d) PP-Wachsen,
  - 20 e) Amidwachsen,
  - f) FT-Paraffinen,
  - g) Montanwachsen,
  - h) natürliche Wachsen,
  - i) makro- und mikrokristallinen Paraffinen,
  - 25 j) polare Polyolefinwachse, oder
  - k) Sorbitanestern,
  - l) Polyamide,
  - m) Polyolefine,
  - n) PTFE,
  - 30 o) Netzmittel,
  - p) Silikate

enthalten, zur Verbesserung der Eigenschaften von Lacken.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung sind Lacke, welche die beschriebenen Wachsmischungen enthalten.

- Das mittels Metallocenkatalyse hergestellte Homo- oder Copolymerisat von
- 5 C<sub>2</sub>-C<sub>18</sub>- $\alpha$ -Olefinen (a) hat vorzugsweise folgende Eigenschaften:

	Tropfpunkt (Tp):	80 - 165°C
	Säurezahl (SZ):	0 - 50 mg KOH/g
	Dichte:	0,87 - 1,03 g/cm <sup>3</sup>
10	Viskosität der Schmelze bei 170°C:	10 - 100000 mPas.

- Als Polyolefinwachse kommen Homopolymerisate des Ethylens oder Propylens oder Copolymerisate des Ethylens oder Propylens untereinander, oder mit einem oder mehreren 1-Olefinen in Frage. Als 1-Olefine werden lineare oder verzweigte
- 15 Olefine mit 4-18 C-Atomen, vorzugsweise 4-6 C-Atomen, eingesetzt. Diese Olefine können eine mit der olefinischen Doppelbindung in Konjugation stehende aromatische Substitution aufweisen. Beispiele hierfür sind 1-Buten, 1-Hexen, 1-Octen oder 1-Octadecen, sowie Styrol. Bevorzugt sind Copolymere des Ethylens mit Propen oder 1-Buten. Solche ethylenhaltigen Copolymere bestehen
- 20 zu 70-99,9, bevorzugt zu 80-99 Gew.-% aus Ethylen.

- Besonders gut geeignet sind Polyolefinwachse mit einem Tropfpunkt zwischen 90 und 160°C, bevorzugt zwischen 100 und 155°C, einer Schmelzviskosität bei 140°C zwischen 10 und 10000 mPas, bevorzugt zwischen 50 und 5000 mPas und
- 25 einer Dichte bei 20°C zwischen 0,89 und 0,96 g/cm<sup>3</sup>, bevorzugt zwischen 0,91 und 0,94 g/cm<sup>3</sup>.

- Geeignet sind weiterhin durch Oxidation modifizierte Metallocenwachse, wie sie beispielsweise durch Behandlung der Wachsschmelze mit Luft gemäß
- 30 EP-A-0 896 591 erhalten werden können. Die Offenbarung dieses Dokuments bezüglich der oxidativen Behandlung von Wachsschmelzen wird hiermit in vorliegende Anmeldung einbezogen.

- Metallocenkatalysatoren zur Herstellung der Polyolefinwachse sind chirale oder nichtchirale Übergangsmetallverbindungen der Formel  $M^1L_x$ . Die Übergangsmetallverbindung  $M^1L_x$  enthält mindestens ein Metallzentralatom  $M^1$ , an das mindestens ein  $\pi$ -Ligand, z.B. ein Cyclopentadienylligand gebunden ist.
- 5 Darüber hinaus können Substituenten, wie z.B. Halogen-, Alkyl-, Alkoxy- oder Arylgruppen an das Metallzentralatom  $M^1$  gebunden sein.  $M^1$  ist bevorzugt ein Element der III., IV., V. oder VI. Hauptgruppe des Periodensystems der Elemente, wie Ti, Zr oder Hf. Unter Cyclopentadienylligand sind unsubstituierte Cyclopentadienylreste und substituierte Cyclopentadienylreste wie
- 10 Methylcyclopentadienyl-, Indenyl-, 2-Methylindenyl-, 2-Methyl-4-phenylindenyl-, Tetrahydroindenyl- oder Octahydrofluorenylreste zu verstehen. Die  $\pi$ -Liganden können verbrückt oder unverbrückt sein, wobei einfache und mehrfache Verbrückungen - auch über Ringsysteme - möglich sind. Die Bezeichnung Metallocen umfasst auch Verbindungen mit mehr als einem Metallocenfragment,
- 15 sogenannte mehrkernige Metallocene. Diese können beliebige Substitutionsmuster und Verbrückungsvarianten aufweisen. Die einzelnen Metallocenfragmente solcher mehrkernigen Metallocene können sowohl gleichartig als auch voneinander verschieden sein. Beispiele für solche mehrkernigen Metallocene sind z.B. beschrieben in EP-A-0 632 063. Beispiele für
- 20 allgemeine Strukturformeln von Metallocenen sowie für deren Aktivierung mit einem Cokatalysator sind u.a. in EP-A-0 571 882 gegeben. Die Offenbarungen dieser Gegenstände in den beiden Dokumente wird hiermit einbezogen.

- Bei Zusatzstoff b) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um
- 25 Polyethylen-Homo- und Copolymerwachse, die nicht mittels Metallocenkatalyse hergestellt wurden, und die ein zahlenmittleres Molekulargewicht von 700 bis 10.000 g/mol bei einem Tropfpunkt zwischen 80 und 140 °C aufweisen.

- Bei Zusatzstoff c) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um
- 30 Polytetrafluoroethylen mit einem Molekulargewicht zwischen 30.000 und 2.000.000 g/mol, insbesondere zwischen 100.000 und 1.000.000 g/mol.

Bei Zusatzstoff d) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um Polypropylen-Homo- und Copolymerwachse, die nicht mittels Metallocenkatalyse hergestellt wurden, und die ein zahlenmittleres Molekulargewicht von 700 bis 10.000 g/mol bei einem Tropfpunkt zwischen 80 und 160°C aufweisen.

5

Bei Zusatzstoff e) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um Amidwachse, herstellbar durch Umsetzung von Ammoniak oder Ethylendiamin mit gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren. Bei den Fettsäuren handelt es sich zum Beispiel um Stearinsäure, Talgfettsäure, Palmitinsäure oder Erucasäure.

10

Bei Zusatzstoff f) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um FT-Paraffine mit einem zahlenmittleren Molekulargewicht von 400 bis 800 g/mol bei einem Tropfpunkt von 80 bis 125°C.

15 Bei Zusatzstoff g) handelt es sich vorzugsweise um Montanwachse einschließlich Säure- und Esterwachsen mit einer Kohlenstoffkettenlänge der Carbonsäure von C<sub>22</sub> bis C<sub>36</sub>.

Bei den Esterwachsen handelt es sich vorzugsweise um Umsetzungsprodukte der  
20 Montansäuren mit ein oder mehrwertigen Alkoholen mit 2 bis 6 C-Atomen, wie zum Beispiel Ethandiol, Butan-1,3-diol oder Propan-1,2,3-triol.

Bei Zusatzstoff h) handelt es sich in einer bevorzugten Ausführungsform um Carnaubawachs oder Candelillawachs.

25

Bei Zusatzstoff i) handelt es sich um Paraffine und mikrokristalline Wachse, welche bei der Erdölraffination anfallen. Die Tropfpunkte solcher Paraffine liegen vorzugsweise zwischen 45 und 65°C, die solcher mikrokristallinen Wachse vorzugsweise zwischen 73 und 100°C.

30

Bei Zusatzstoff j) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um polare Polyolefinwachse, herstellbar durch Oxidation von Ethylen- oder Propylen-Homopolymer- und -Copolymerwachsen oder deren Pfropfung mit

Maleinsäureanhydrid. Besonders bevorzugt wird hierfür von Polyolefinwachse mit einem Tropfpunkt zwischen 90 und 165°C, insbesondere zwischen 100 und 160°C, einer Schmelzviskosität bei 140°C (Polyethylenwachse) bzw. bei 170°C (Polypropylenwachse) zwischen 10 und 10000 mPas, insbesondere zwischen 50  
5 und 5000 mPas und einer Dichte bei 20°C zwischen 0,85 und 0,96 g/cm<sup>3</sup> ausgegangen.

Bei Zusatzstoff k) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um Umsetzungsprodukte von Sorbit (Sorbitol) mit gesättigten und/oder ungesättigten  
10 Fettsäuren und/oder Montansäuren. Bei den Fettsäuren handelt es sich zum Beispiel um Stearinsäure, Talgfettsäure, Palmitinsäure oder Erucasäure.

Bei Zusatzstoff l) handelt es sich um vorzugsweise gemahlene Polyamide, beispielsweise Polyamid-6, Polyamid-6,6 oder Polyamid-12. Die Partikelgröße der  
15 Polyamide liegt vorzugsweise im Bereich von 5-200 µm, insbesondere 10-100 µm.

Bei Zusatzstoff m) handelt es sich um Polyolefine, also beispielsweise Polypropylen, Polyethylen oder Copolymere aus Propylen und Ethylen hoher oder niedriger Dichte mit Molgewichten von vorzugsweise 10.000 bis 1.000.000 D,  
20 insbesondere 15.000 bis 500.000 D als Zahlenmittel für das Molekulargewicht, deren Partikelgröße durch Mahlung im Bereich von vorzugsweise 5-200 µm, insbesondere 10-100 µm liegt.

Bei Zusatzstoff n) handelt es sich um thermoplastisches PTFE mit einem  
25 Molgewicht von vorzugsweise 500.000 – 10.000.000 D, insbesondere 500.000 – 2.000.000 D als Zahlenmittel, dessen Partikelgröße durch Mahlung im Bereich von vorzugsweise 5-200 µm, insbesondere 10-100 µm liegt.

Bei Zusatzstoff o) handelt es sich um amphiphile Verbindungen, welche im  
30 Allgemeinen die Oberflächenspannung von Flüssigkeiten senken. Bei den Netzmitteln handelt es sich zum Beispiel um Alkylethoxylate, Fettalkoholethoxylate, Alkylbenzolsulfonate oder Betaine.



Bei Zusatzstoff p) handelt es sich um Silikate, welche nicht als Füllstoff oder Pigment in den Rezepturen eingesetzt werden. Bevorzugt werden Kieselsäuren oder Talkum eingesetzt.

- 5 Das Mischungsverhältnis von Bestandteil a) zu den Bestandteilen b) bis p) kann im Bereich von 1 bis 99 Gew.-% a) zu 1 bis 99 Gew.-% b) bis p) variiert werden. Wird eine Mischung aus mehreren der Bestandteile b) bis p) verwendet, so gilt die Mengenangabe für die Summe aus den Mengen dieser Bestandteile.
- 10 In einer bevorzugten Ausführungsform werden die Wachse in mikronisierter Form für den erfindungsgemäßen Zweck verwendet. Insbesondere bevorzugt ist die Verwendung von Polyolefinwachs und gegebenenfalls zugemischten Hilfs- und Zusatzstoffen als Ultra-Feinstpulver mit einer Partikelgrößenverteilung  $d_{90} < 40 \mu\text{m}$ .
- 15 Verbessert wird u.a. die Mattierung der Lacke, die Dispergierbarkeit und Stabilität (Absetz- oder Aufrahmneigung) in Lacken und Dispersionen, eine Verbesserung der Gleitreibung (Slip), Härte und Abriebfestigkeit, Erhöhung des Durchsatzes und Verbesserung der Pigmentdispergierung in Pulverlacken, besseres Antiblocking
- 20 und Griffempfinden (Softfeeling). Bei den Wachsmischungen handelt es sich im allgemeinen um Pulver- bzw. Schmelzmischungen.

#### Beispiele

- 25 Tabelle 1: Charakterisierung der Bestandteile der verwendeten Wachsmischungen

Wachsort	Säurezahl	Tropfpunkt	Viskosität
Metalloceen-PE-Wachs	0 mg KOH/g	124°C	250 mPas (140°C)
Metalloceen-PP-Wachs	0 mg KOH/g	135°C	40 mPas (170°C)
oxidiertes Metalloceen-PE-Wachs	20 mg KOH/g	114°C	200 mPas (120°C)
PE-Wachs	0 mg KOH/g	125°C	300 mPas (140°C)
PP-Wachs	0 mg KOH/g	160°C*	1500 mPas (170°C)

Wachsart	Säurezahl	Tropfpunkt	Viskosität
oxidiertes PE-Wachs	20 mg KOH/g	114°C	200 mPas (120°C)
Amidwachs	6 mg KOH/g	140°C	10 mPas (150°C)
Montanwachs 1	17 mg KOH/g	82°C	30 mPas (100°C)
Montanwachs 2	14 mg KOH/g	100°C	300 mPas (120°C)
Carnaubawachs	9 mg KOH/g	82°C	30 mPas (90°C)
FT-Paraffin	0 mg KOH/g	110°C	20 mPas (120°C)

\* Erweichungspunkt

Tabelle 2: Wachsmischungen (alle Mischungen auf DV<sub>50</sub> = 8 µm mikronisiert)

Kurzbezeichnung	Bestandteil 1	Bestandteil 2	Bestandteil 3	Mischungsverhältnis
M1	oxidiertes Metallocen-PE-Wachs	Carnaubawachs	—	1:1
M2	Metallocen-PE-Wachs	oxidiertes Metallocen-PE-Wachs	—	7:3
M3	Metallocen-PE-Wachs	Amidwachs	—	1:1
M4	Metallocen-PE-Wachs	PTFE-Wachs	—	9:1
M5	Metallocen-PE-Wachs	oxidiertes Metallocen-PE-Wachs	PTFE-Wachs	12:7:1
M6	Metallocen-PP-Wachs	Amidwachs	—	1:1
M7	Metallocen-PP-Wachs	Amidwachs	—	5:1
M8	Metallocen-PP-Wachs	Metallocen-PE-Wachs	—	1:1
M9	Metallocen-PP-Wachs	oxidiertes Metallocen-PE-Wachs	—	1:1
M10	oxidiertes Metallocen-PE-Wachs	Montanwachs 1	Montanwachs 2	2:1:1
M11	Metallocen-PE-Wachs	oxidiertes Metallocen-PE-Wachs	Sorbitan-tristearat	1:1:1
M12	Metallocen-PE-Wachs	FT-Paraffin	—	5:1
V1	oxidiertes PE-Wachs	Carnaubawachs	—	1:1
V2	PE-Wachs	oxidiertes PE-Wachs	—	7:3

Kurzbezeichnung	Bestandteil 1	Bestandteil 2	Bestandteil 3	Mischungsverhältnis
V3	PE-Wachs	Amidwachs	—	1:1
V4	PE-Wachs	PTFE-Wachs	—	9:1
V5	PE-Wachs	oxidiertes PE-Wachs	PTFE-Wachs	12:7:1
V6	PP-Wachs	Amidwachs	—	1:1
V7	PP-Wachs	Amidwachs	—	5:1
V8	PP-Wachs	PE-Wachs	—	1:1
V9	PP-Wachs	oxidiertes PE-Wachs	—	1:1
V10	oxidiertes PE-Wachs	Montanwachs 1	Montanwachs 2	2:1:1
V11	PE-Wachs	oxidiertes PE-Wachs	Sorbitantristearat	1:1:1
V12	PE-Wachs	FT-Paraffin	—	5:1

- Herstellung einer wässrigen Wachsdispersion aus einem Mikropulver:  
 1 Gew.-% Tylose® wird in 60 Gew.-% Wasser eingerührt und kurz quellen  
 5 gelassen, danach wird 39 Gew.-% mikronisiertes, oxidiertes Wachs in die Tyloselösung eindispersiert.

Tabelle 3: Dispergierung/Stabilität von Wachsmischungen

	Wachs	Dispergierung / Stabilität
Beispiel 1	M1	gut / sehr gut
Beispiel 2	M2	gut / sehr gut
Beispiel 3	M9	gut / sehr gut
Beispiel 4	M10	sehr gut / sehr gut
Beispiel 5	V1	gut / sehr gut
Beispiel 6	V2	gut / sehr gut
Beispiel 7	V9	mäßig / mäßig
Beispiel 8	V10	gut / sehr gut

Einarbeiten einer wässrigen Wachsdispersion in einen wässrigen Acryllack:

4 Gew.-% der unter Beispiel 2 genannten Wachsdispersion wird in 96 Gew.-% wässrigen Acryllack (Basis Mowilith® LDM 7460) eingerührt und anschließend mit einem Rahmenraker (60 µm Nassfilmstärke) auf eine Glasplatte aufgezogen.

- 5 Nach dem Trocknen wird der Glanz bestimmt.

Tabelle 4: Glanz der Wachsmischungen

	Dispersion aus	Basiswachs	Glanz (60° Winkel)
Acryllack	ohne Wachs	—	120
Beispiel 9	Beispiel 1	M1	22
Beispiel 10	Beispiel 2	M2	25
Beispiel 11	Beispiel 3	M9	25
Beispiel 12	Beispiel 4	M10	20
Beispiel 13	Beispiel 5	V1	30
Beispiel 14	Beispiel 6	V2	30
Beispiel 15	Beispiel 7	V9	28
Beispiel 16	Beispiel 8	V10	25

- 10 Einarbeiten von mikronisierten Wachsen in einen Nitrocellulose-Standard-Lack zwecks Mattierung und Gleitreibung:

2 Gew.-% mikronisiertes Wachs werden in 98 Gew.-% NC-Lack mit Hilfe eines Dissolvers eindispersiert und anschließend mit einem Rahmenraker (60 µm Nassfilmstärke) auf eine Glasplatte aufgezogen. Nach dem Trocknen wird der

- 15 Glanz bestimmt.

Tabelle 5: Glanz und Gleitreibung der Wachsmischungen

	Wachs	Glanz (60° Winkel)	Gleitreibung
Nitrocelluloselack	ohne Wachs	138	0,42
Beispiel 17	M3	-	0,17
Beispiel 18	M4	45	0,12

	Wachs	Glanz (60° Winkel)	Gleitreibung
Beispiel 19	M5	-	0,09
Beispiel 20	M6	25	0,10
Beispiel 21	M7	25	-
Beispiel 22	M8	30	0,25
Beispiel 23	M9	41	0,25
Beispiel 24	M10	30	0,15
Beispiel 25	V3	27	0,22
Beispiel 26	V4	50	0,15
Beispiel 27	V5	45	0,15
Beispiel 28	V6	30	0,17
Beispiel 29	V7	30	0,30
Beispiel 30	V8	40	0,30
Beispiel 31	V9	50	0,28
Beispiel 32	V10	35	0,22

Einarbeiten in einen weißen Hybrid-Pulverlack zwecks Verbesserung der Bleistifthärte und Abriebfestigkeit:

- Die Wachse werden mit den einzelnen Rohstoffen in einem Schnellmischer mit
- 5 einander gemischt, anschließend wird die Rohstoffe auf einen Labor-Doppelschneckenextruder (PC19-25 von APV) bei 110°C extrudiert, gemahlen auf < 125 µm und auf Alu bzw. Stahlblech aufgetragen. nach dem Einbrennen (15 min. bei 180°C) werden die beschichteten Bleche 24 Stunden im Klimaraum gelagert, danach die Bleistifthärte (nach Wolff-Wilborn) bestimmt und der
- 10 Abriebtest am Taber Abraser bestimmt.

Tabelle 6: Bleistifthärte und Abriebtest

	Wachs, je 1% auf Gesamt Rezeptur	Bleistifthärte nach Wolff-Wilborn	Abriebtest nach 250 Umdrehungen
Hybrid-Pulverlack	ohne Wachs	2B	52 mg
Beispiel 33	M2	HB	48 mg

	Wachs, je 1% auf Gesamt Rezeptur	Bleistifthärte nach Wolff-Wilborn	Abriebtest nach 250 Umdrehungen
Beispiel 34	M3	F	35 mg
Beispiel 35	M4	F	25 mg
Beispiel 36	M6	F	20 mg
Beispiel 37	M7	H	15 mg
Beispiel 38	M10	HB	25 mg
Beispiel 39	V2	B	50 mg
Beispiel 40	V3	HB	41 mg
Beispiel 41	V4	HB	42 mg
Beispiel 42	V6	B	46 mg
Beispiel 43	V7	B	38 mg
Beispiel 44	V10	HB	40 mg

Einarbeiten in einen blauen Hybrid-Pulverlack zwecks Verbesserung der Dispergierung und Durchsatzverbesserung:

- Die Wachse werden mit den einzelnen Rohstoffen in einem Schnellmischer
- 5 miteinander gemischt, anschließend wird die Rohstoffe auf einen Labor-Doppelschneckenextruder (PC19-25 von APV) bei 110°C extrudiert, dabei muss die Dosiermenge auf eine Leistungsaufnahme von 70% am Extruder eingestellt werden, hierbei wird der Durchsatz erfasst, gemahlen auf < 125 µm und auf Alu bzw. Stahlblech aufgetragen. nach dem Einbrennen (15 min. bei 180°C) werden
- 10 die beschichteten Bleche 24 Stunden im Klimaraum gelagert, danach die Farbtiefe gemessen.

Tabelle 7: Farbtiefe

	Wachs je 1% auf Gesamt Rezeptur	Durchsatzver- besserung in %	Farbtiefe
Hybrid-Pulverlack	ohne Wachs	-	100%
Beispiel 45	M1	18%	110%
Beispiel 46	M2	20%	105%

	Wachs je 1% auf Gesamt Rezeptur	Durchsatzver- besserung in %	Farbtiefe
Beispiel 47	M3	15%	107%
Beispiel 48	M6	30%	105%
Beispiel 49	M8	25%	107%
Beispiel 50	M10	50%	120%
Beispiel 51	V1	13%	107%
Beispiel 52	V2	15%	100%
Beispiel 53	V3	10%	102%
Beispiel 54	V6	10%	100%
Beispiel 55	V8	15%	105%
Beispiel 56	V10	45%	112%

Einarbeitung in einen Alkydharzlack zwecks Beurteilung der Blockeigenschaften und des Griffindrucks:

- 2 Gew.-% mikronisiertes Wachs wird in den Alkydharzlack mit Hilfe eines
- 5 Dissolvers eingearbeitet, danach wird mit Hilfe eines Rahmenrakels (60 µm Nassfilmstärke) der Lack auf Glas (mind. jeweils 2 Platten) aufgetragen. Nach dem 24 Std. Lagerung im Klimaraum wird der Griff beurteilt (subjektiv), anschließend werden die Platten im Wärmeschrank bei 50°C 24 Stunden gelagert. Dabei werden die Platten mit der Beschichtung aufeinander gelegt und
- 10 mit einem 500 g Gewicht belastet. Anschließend wird das Blockverhalten beurteilt.

Tabelle 8: Beurteilung des Blockverhaltens

Beurteilungs- schema	Blockfestigkeit
nichts	kein Blocken
Spur	ganz leichtes Blocken bemerkbar
wenig	beim Anheben des oberen Brettchen geht das untere mit, trennt sich aber selbst nach wenigen Sekunden
etwas	beim Anheben des oberen Brettchens geht das untere mit, muss aber von Hand ohne spürbaren Kraftaufwand getrennt werden.

Beurteilungs- schema	Blockfestigkeit
merklich	beim Anheben des oberen Brettchens geht das untere mit, muss aber mit etwas Kraftaufwand getrennt werden.
wesentlich	die Platten müssen mit erheblichen Kraftaufwand getrennt werden.

Tabelle 9: Griffverhalten der Wachsmischungen

	Wachs	Griff (subjektiv)	Blockverhalten
Alkydharzlack	ohne Wachs	Plastikartig, leicht klebrig	wesentlich
Beispiel 57	M3	guter Griff, kein kleben	Spur
Beispiel 58	M4	guter Griff, sehr glatt	nichts
Beispiel 59	M6	guter Griff, glatt	Spur
Beispiel 60	M10	weich, angenehm, etwas glatt	wenig
Beispiel 61	V3	guter Griff, ganz leichtes kleben	wenig
Beispiel 62	V4	guter Griff, glatt	wenig
Beispiel 63	V6	leicht klebrig	etwas
Beispiel 64	V10	angenehm	wenig

- 5 Einarbeiten in einen 2K-PUR-Lack, auftragen auf Holzbrettchen und Beurteilung der Schleifbarkeit:

2 bzw. 4 Gew.-% mikronisiertes Wachs in die 1 Komponente eines 2K-Polyurethanlacksystemeindispersgieren, danach mit der 2. Komponente versetzen und mittels eines Pinsels auf ein Holzbrettchen im Kreuzgang

- 10 auftragen. Danach 24 Stunden im Klimaraum trocknen lassen. Anschließend Schleiftest durchführen, dabei wird ein Bogen Schleifpapier (240 Körnung) auf einen Holzklotz gespannt, ohne Druck 20 x über das Holzbrettchen geführte und danach der Abrieb beurteilt. Je weniger das Schleifpapier belegt ist, desto besser ist die Schleifbarkeit.

Tabelle 10: Schleifbarkeit additvierten Lacks



	Wachs	Schleifbarkeit
2K-PUR-Lack	ohne Wachs	sehr schlecht, bereits nach 10 Hub ist das Schleifpapier zugesetzt
Beispiel 65	M1	mäßig, Schleifpapier fast zugesetzt
Beispiel 66	M3	sehr gut, nach 20 Hub kein Zusetzen zu beobachten
Beispiel 67	M6	sehr gut, nach 20 Hub kein Zusetzen zu beobachten
Beispiel 68	M7	gut, leichtes zusetzen des Schleifpapiers
Beispiel 69	M10	gut, leichtes zusetzen des Schleifpapiers
Beispiel 70	V1	schlecht, nach 20 Hub ist das Schleifpapier zugesetzt
Beispiel 71	V3	gut, leichtes zusetzen des Schleifpapiers
Beispiel 72	V6	gut, leichtes zusetzen des Schleifpapiers
Beispiel 73	V7	schlecht, nach 20 Hub ist das Schleifpapier zugesetzt
Beispiel 74	V10	schlecht, nach 20 Hub ist das Schleifpapier zugesetzt

## Patentansprüche

1. Verwendung von Mischungen von Wachsen, welche
- 5 a) ein mittels Metallocenkatalyse hergestelltes Homo- oder Copolymerisat von  $C_2$ - $C_{18}$ - $\alpha$ -Olefinen, sowie Abbauwachse hergestellt aus mittels Metallocenkatalyse produzierten Polyolefinen höherer Kettenlänge, sowie als Hilfsstoffe ein oder mehrere andere Wachse ausgewählt aus der
- 10 Gruppe bestehend aus
  - b) PE-Wachsen,
  - c) PTFE-Wachsen,
  - d) PP-Wachsen,
  - 15 e) Amidwachsen,
  - f) FT-Paraffinen,
  - g) Montanwachsen,
  - h) natürliche Wachsen,
  - i) makro- und mikrokristallinen Paraffinen,
  - 20 j) polare Polyolefinwachse, oder
  - k) Sorbitanestern,
  - l) Polyamide,
  - m) Polyolefine,
  - n) PTFE,
  - 25 o) Netzmittel,
  - p) Silikate
- enthalten, zur Verbesserung der Eigenschaften von Lacken.
- 30 2. Verwendung gemäß Anspruch 1, worin Bestandteil a) ein Oxidat eines Metallocen-Wachses ist.

3. Verwendung gemäß Anspruch 1 und/oder 2, worin es sich bei Bestandteil a) um ein Homo- oder Copolymerisat des Ethylens oder des Propylens handelt.
4. Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, worin  
5 das als Bestandteil a) genannte Wachs eine Schmelzviskosität bei 140°C von 10 bis 10.000 mPas aufweist.
5. Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, worin  
das als Bestandteil a) genannte Wachs eine Dichte von 0,87 bis 1,03 g/cm<sup>3</sup>  
10 aufweist.
6. Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, worin  
das als Bestandteil b) genannte Wachs ein nicht mittels Metallocenkatalyse  
hergestelltes Polyethylenwachs mit zahlenmittlerem Molekulargewicht von 700 bis  
15 10.000 g/mol ist.
7. Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, worin  
das als Bestandteil d) genannte Wachs ein nicht mittels Metallocenkatalyse  
hergestelltes Polypropylenwachs mit zahlenmittlerem Molekulargewicht zwischen  
20 700 und 10.000 g/mol ist.
8. Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, worin  
das als Bestandteil j) genannte Wachs ein durch Oxidation oder Pfropfung mit  
Maleinsäureanhydrid modifiziertes Polyethylen oder Polypropylenwachs ist.  
25
9. Verwendung von micronisierten Wachsen wie in einem oder mehreren der  
Ansprüche 1 bis 8 definiert.
10. Lacke, umfassend Wachsmischungen gemäß einem oder mehreren der  
30 Ansprüche 1 bis 9.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/04778

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
 IPC 7 C09D7/12 //C08L91/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C09D C08L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 890 619 A (CLARIANT GMBH) 13 January 1999 (1999-01-13) cited in the application claims	1,9,10
A	EP 0 890 584 A (CLARIANT GMBH) 13 January 1999 (1999-01-13) abstract	1,10

☐ Further documents are listed in the continuallion of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents:

\*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

\*E\* earlier document but published on or after the international filing date

\*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

\*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

\*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*G\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

11 September 2001

Date of mailing of the international search report

25/09/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
 NL - 2280 HV Rijswijk  
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Girard, Y

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 01/04778

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0890619 A	13-01-1999	DE 19810891 A	14-01-1999
		JP 11071545 A	16-03-1999
		US 6080902 A	27-06-2000
EP 0890584 A	13-01-1999	DE 19729833 A	14-01-1999
		JP 11100413 A	13-04-1999
		US 6143846 A	07-11-2000